

高温におけるX線応力測定の研究

第一報 高温におけるX線応力測定と測定装置

川 野 正 和* 石 田 毅* 谷 昇*

A Study on X-ray Stress Measurement
at High Temperature.Part 1 Stress Measurement by X-ray and
Measuring Apparatus at High Temperature

Masakazu Kawano, Tuyoshi Ishida and Noburu Tani

The stress measurement at high temperature by x-ray has its own problems to be solved; they are 1) protection of the measuring apparatus from heat, 2) investigation of measurement accuracy, 3) measurement of elastic modulus at high temperature, and 4) discussion on the adequacy of measured stress values.

This paper deals with problems 1) and 2) shown above. The results of the experiments lead to the following conclusions:

- (1) A thin stainless steel plate was provided between a high-temperature specimen and the measuring apparatus, with X-ray passage covered with aluminum foils, resulting in interception of radiant and convective heats. Water cooling devices were attached to the divergent and convergent slits. The above heat interception and cooling made it possible to measure thermal stresses of samples up to 1000°C by using a measuring device in our laboratory.
- (2) High-temperature profiles of two-phase stainless steel were excellent, too. Little difference was observed in accuracy between measurements at room and high temperatures and, consequently, the X-ray method can be satisfactorily put into practical use.
- (3) Two-phase stainless steel retains its peculiar residual stresses, which are compressive and tensile stresses in α -phase ferrite and in γ -phase austenite, respectively. These residual stresses can not be relieved by annealing, but generate thermal stress peculiar to duplex-phase material originated from thermal expansion.

1. 緒 言

金属および合金が拘束されている場合、加熱による熱膨脹のため、熱応力が発生する。外的拘束を受けない単相の単純試験片を均一に加熱する場合、応力は生じない。しかし、複合材料では構成各材料、複相材料では構成各相の熱的挙動の差によって生ずる熱歪が相

互干渉を起こし、温度を上昇せしめるのみで応力を発生する。本報は、このような熱応力を測定するため、高温におけるX線応力測定法の確立に関する研究を行った。供試材として複相材である γ 相と α 相の混晶である2相ステンレス鋼を用いた。

応力測定の方法は種々あるが、そのうち、今までかなりの実績を有し、有望視されている方法は、X線

*船舶工学教室
1982年10月29日受付

応力測定法¹⁾²⁾³⁾である。その特長は、被測定物に直接接触することがないこと、非破壊的に材料表面の応力を測定できること、および、実物についての測定であること、等である。このX線応力測定法を、高温における応力測定に適用するためには、1)、高温にさらされる測定装置の保護対策。2) X線回折角度、膨脹係数の温度依存性、および、測定精度、3) 弾性係数の温度依存性、4) 測定された応力値の妥当性、などを検討せねばならない。1)は応力測定装置を、高温応力測定に用いるため、高温の被測定物からの放射熱および対流熱を遮蔽して測定装置を保護せねばならない。2) 無歪時のX線回折角度 θ_0 。および膨脹係数 α は温度依存性質である。又弾性係数 E および ν (またはX線の応力係数 K)も温度依存性質であり、それらの高温における値を決定する必要がある。3) θ_0 。(または α)の温度依存性が判明すれば、“ $2\theta\psi - \sin^2\psi$ ”線図上においてX線入射角度 ψ 。 $(\psi = \psi_0 + \frac{\pi}{2} - \theta_0)$ が決定され、 E (または K)の温度依存性が測定できる。4) 2), 3)によって各温度における θ_0 および K が求まれば熱応力が測定できる。

本研究は、高温における弾性係数および応力測定にあたり、必要とされる θ_0 。(または α)の温度依存性、および高温にさらされる測定装置の熱対策についての研究である。

2. 実験方法

2. 1 応力測定装置とその熱対策

高温における応力測定では、被測定材料の温度が高くなったとき、高温度の試料からの放射熱や対流熱から測定装置を保護する必要がある。今回の実験では、1) 熱遮蔽をしない場合、2) 熱遮蔽と冷却を実施した場合のそれぞれについて、試料の温度に対する装置の温度上昇を測定した。

応力測定装置の温度測定は、高温試料に最も近い発散スリット系の4個所と、受光スリット系の4個所に

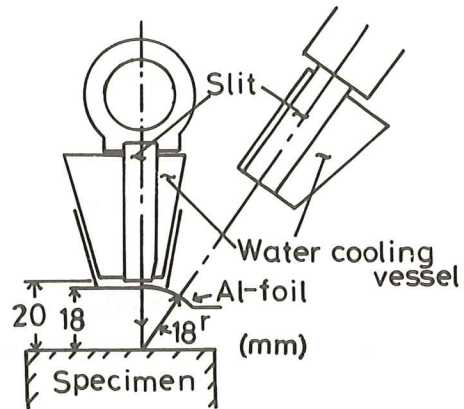


Fig. 1 Measuring device of thermal stress equipped with heat-shelter.

ついて、銅-コンスタンタン熱電対を用いて行った。これらの温度測定の結果、熱遮蔽を必要と認め、熱遮蔽について実験した。熱遮蔽装置を装着した応力測定装置を Fig. 1 に示す。応力測定装置は東芝MDP-104型である。

2. 2 高温における応力測定方法

2. 2. 1 試験片：測定精度の検討および測定例に用いた試料はSUS329J1である。オーステナイト(γ)相およびフェライト(α)相の混合組織をもつ複相材料である。また比較のために γ 単相材であるSUS304と α 単相材であるSUS430についても測定した。いずれの鋼種とも板厚は1mmで圧延方向に長さ150mm、幅60mmの矩形板で市販材から切り出したものである。これらの3種の鋼の化学成分をTable 1に示す。常温における2相ステンレス鋼の機械的性質は、降伏強さ59.3kgf/mm²、引張強さ82.4kgf/mm²、伸び率34.0kgf/mm²である。

試験片温度の測定は、熱電対を試験片の表面に6箇所設置し試験片の温度勾配が2°C/cm以内になるよう配慮した。温度制御はスライダックによる電圧調節

Table 1 Chemical composition of test materials

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	N
SUS 329 J 1	0.019	0.54	0.50	0.033	0.006	5.05	23.03	1.52	0.83	0.15
SUS 304	0.06	0.52	1.04	0.026	0.009	8.83	18.39	0.03	—	—
SUS 430	0.069	0.53	0.31	0.025	0.006	0.08	16.70	—	—	—

Table 2 Conditions applied for X-ray stress measurement

Characteristic X-ray	Cr K β (γ), Cr K α (α)
Tube voltage	30kv
Tube current	10mA
Gonio scan speed	2°/min
Chart speed	40mm/mjn
Range	1K($\gamma\psi$), 2K(α) c.p.s.
Time constant	5(γ □), 2(α) sec.
Slit mask area	4×4 mm ²
Diffraction plane	α (211), γ (311)

と電気炉の熱慣性を利用することによって、 $\pm 2^\circ\text{C}$ 以内に制御した。試験片温度は室温 $\sim 1000^\circ\text{C}$ の間を 100°C ごとに温度を上昇させ、その間数段階の応力測定を行った。各温度における応力測定に要する保持時間は、 α 組(211), γ 相(311)の2つの面の測定であり約150 minである。加熱は600Wのニクロム線を発熱体とした電気炉を用いた。その外形寸法は長さ170mm, 幅100mm, 高さ60mmである。X線の通過部以外を断熱材と65 μm のステンレス板で覆い、X線通過部は10 μm のアルミ箔で覆った。なお、熱膨脹によって試験片のセッティング位置がずれないようにピンによって面あわせができるようになっている。X線応力測定条件をTable 2に示す。

2. 2. 2 高温におけるX線応力測定：X線による応力測定値は次式⁴⁾によって与えられる。

$$\sigma = \left\{ -\frac{E}{2(1+\nu)} \cdot \frac{\pi}{180} \cdot \cot \theta_0 \right\} \cdot \left\{ \frac{\partial 2\theta_\phi}{\partial \sin^2 \psi} \right\} = K \cdot M \quad (1)$$

σ : 応力 (kgf/mm²), E : ヤング率 (kgf/mm²), ν : ポアソン比, θ_0 : 無歪時のX線回折角度 (deg), θ_ϕ : X線回折角度 (deg), ψ : 試料表面の法線と回折面法線との角度 (deg)

したがって、X線の入射角度を種々に変え、 $2\theta_\phi$ を実験的に求め、 $2\theta_\phi - \sin^2 \psi$ 線図の勾配 M に K を乗ずれば応力 σ が求められる。

本報では、(1)式中の K はX線の弾性係数 $[E/(1+\nu)]$ および θ_0 によって決定される。したがってまず(1)式の応力 σ の代りに次式によって与えられる C_T を求めた。

$$C_T = -\frac{1}{2} \frac{\pi}{180} \cdot \cot \theta_0 \cdot \frac{\partial 2\theta_\phi}{\partial \sin^2 \psi} \quad (2)$$

X線によって測定される熱応力の値は、(2)式に $E/(1+\nu)$ の値を乗ずることによって得られる。

2. 2. 3 X線回折角度と膨脹係数の温度依存性：各温度におけるX線応力測定のためのX線回折角度 2θ は応力によって変動する。したがって $2\theta_\phi - \sin^2 \psi$ 線図において無歪となる $\sin^2 \psi$ に相当する $2\theta_\phi$ を求めなくてはならない。すなわち、X線応力測定の基礎式⁵⁾

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E} \cdot \sigma_x \cdot \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (3)$$

において、 $\varepsilon_{\phi\psi}=0$ における $\sin^2 \psi$ の値は

$$\left. \begin{aligned} 1) \sigma_1 = -\sigma_2 \text{ のとき} & \quad \sin^2 \psi = 0 \\ 2) \sigma_1 = \sigma_x, \sigma_2 = 0 \text{ のとき} & \quad \sin^2 \psi = \nu/(1+\nu) \\ 3) \sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_x \text{ のとき} & \quad \sin^2 \psi = 2\nu/(1+\nu) \end{aligned} \right\} \quad (4)$$

であるから、それぞれの $\sin^2 \psi$ の値における $2\theta_\phi$ をとればその $1/2$ が θ_0 として決定される。ただし、 θ_0 を応力測定のプロファイルから求める場合は、その値が相対的な値であることを考慮しておく必要がある。

X線回折角度 θ_0 から格子定数 a が次式によって求められる。

$$\sin \theta_0 = (\lambda/2a) \cdot (\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}) \quad (5)$$

λ : X線の波長(\AA), a : 格子定数(\AA), hkl : ミラー指数

したがって、試験片温度 T に対し a の変化をプロットすれば、その勾配から線膨脹係数 α が次式によって求められる。

$$\alpha = (1/a) \cdot (da/dT) \quad (6)$$

3. 実験結果

3. 1 応力測定装置の熱対策

熱遮蔽を施さない場合の試験片温度に対する発散スリット系の温度をFig. 2に、ステンレス板とアルミ箔で熱遮蔽し、さらに発散スリットに水冷容器を取りつけた場合をFig. 3にそれぞれ示す。いずれも発散スリット系の温度である。熱遮蔽を施さない場合は、試験片温度が 550°C になると発散スリット下部の温度は 100°C を越える。熱遮蔽と冷却を施した場合は、発散スリット系のいずれの個所においても温度上昇は 60°C 以下に押えられた。

熱遮蔽しない場合の受光スリット、検出器および駆動歯車の各個所における温度をFig. 4に示す。受光スリット系が熱源から比較的離れた位置(200mm)にあ

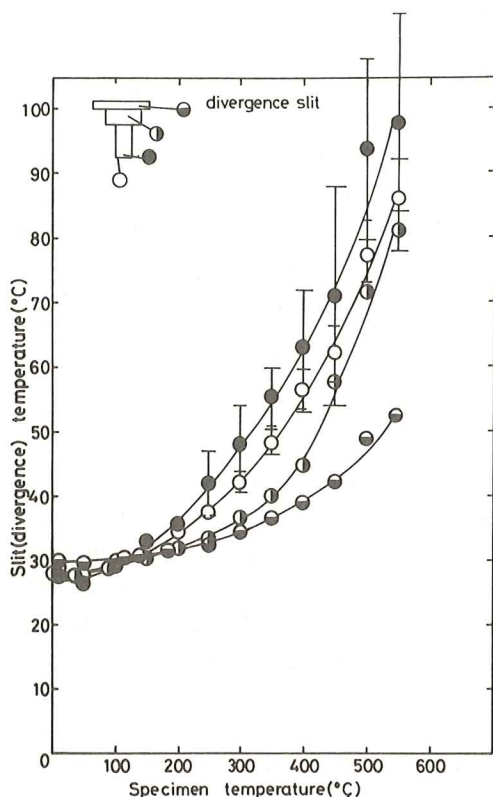


Fig. 2 Temperature of the divergence slit system as heat is not cut off.

るので、各個所の温度は上昇するが、その勾配は比較的小さい。特に温度に対して敏感な検出器（口）の温度上昇はほとんど認められなかった。

本装置では、Fig. 3に示すような熱遮蔽と冷却を行った場合、スリット部、ゴニオ駆動部、カウンタ検出部等の機能が正常であったので、装置的には熱応力測定が可能である事が判明した。

3. 2 高温における応力測定

2相ステンレス鋼の室温と高温における応力測定プロファイルをFig. 5に示す。高温になるとバックグラウンドの傾斜がやや大きく、またピーク強度が小さい。X線入射角度 $\psi_0 = 0^\circ, 0^\circ, 15^\circ, 40^\circ, 40^\circ$ の6点測定による結果はFig. 6に示すように $2\theta_0 - \sin^2 \psi$ 線図にプロットすれば理論的には直線になる。この回帰直線の勾配(M)と68%信頼限界における推定誤差(ΔM)を図中に示している。

3. 2. 1 X線回折強度、膨脹係数の温度依存性：

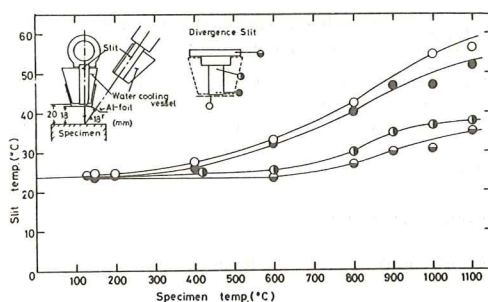


Fig. 3 Temperature of the divergence slit system cooled with heat cut off.

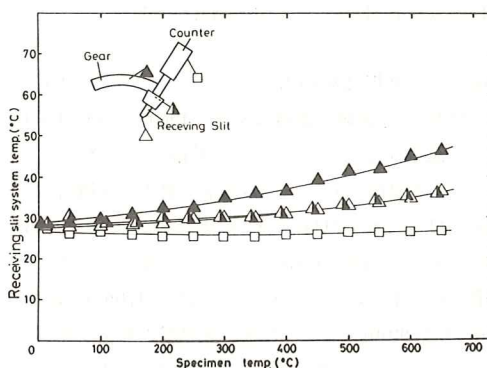


Fig. 4 Temperature of receiving slit system when heat is not cut off.

$2\theta_0 - \sin^2 \psi$ 線図において前述の(4)式から $\sin^2 \psi = 0$ および $2\nu/(1+\nu)$ と縦軸との交点 $2\theta_0$ を試験片温度に対してプロットしたのがFig. 7である。ただし、高温における ν は測定していないので室温における値 $\nu = 0.3$ を用いている。 γ 、 α 相ともに $2\theta_0$ は直線的に減少する。Fig. 6で示したように室温付近では $2\theta_0 - \sin^2 \psi$ 線図の勾配が大きく、かなりの応力が存在しているので、 $\sin^2 \psi = 0$ と $2\nu/(1+\nu)$ とによって求められる $2\theta_0$ には若干の差がある。以後の弾性係数や応力の測定には $\sin^2 \psi = 2\nu/(1+\nu)$ における θ_0 を用いている。図中の式は回帰直線である。

この $2\theta_0$ を(5)および(6)式に用いて両相の線膨脹係数 α はFig. 8のように示される。ステンレス鋼便覧の値⁶⁾も示している。膨脹係数はいずれの場合も γ 相が α 相よりも大きい値を示している。

3. 2. 2 2相ステンレス鋼の熱処理後の残留応力：各温度から真空中で室温まで冷却した後の残留応力の測定結果をFig. 9に示す。室温のX線の応力係数

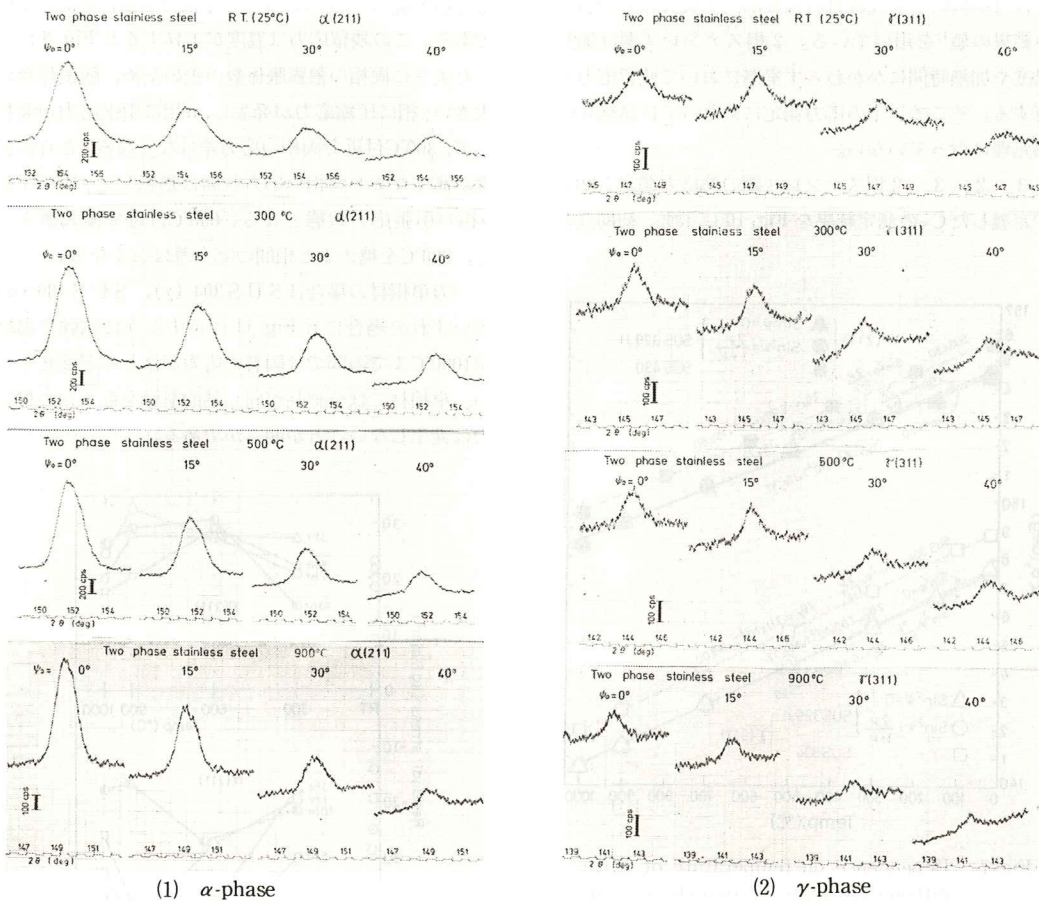


Fig. 5 Stress measurement profiles of two-phase stainless steel at high and room temperature.

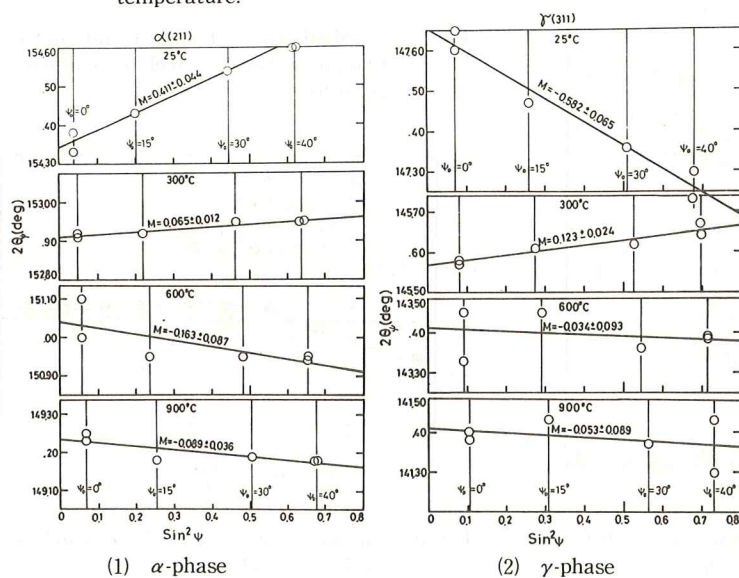


Fig. 6 X-ray diffraction angle $2\theta\psi - \sin^2\psi$ diagram of two-phase stainless steel at high and room temperature.

Kは日本材料学会X線材料強度部門委員会の共同研究の結果の値¹⁾を用いている。2相ステンレス鋼は加熱温度や加熱時間にかかわらず室温において残留応力を有する。そこで以下の応力測定にあたっては試験片の熱処理は行っていない。

3. 2. 3 2相ステンレス鋼の熱応力測定：(2)式で定義した C_T の測定結果をFig. 10に示す。初期残留

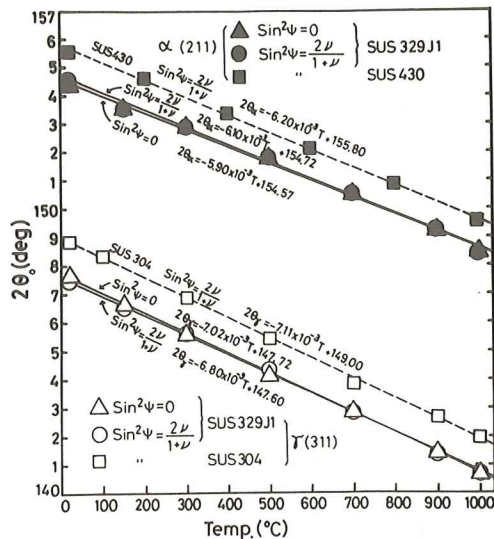


Fig. 7 Dependence on temperature of X-ray diffraction angle of two-phase stainless steel.

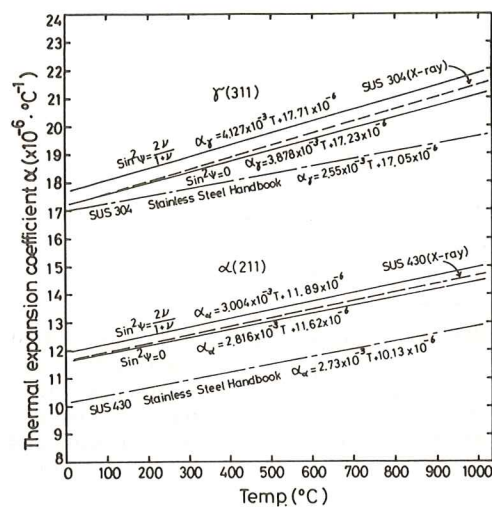


Fig. 8 Dependence on temperature of thermal expansion coefficient.

応力はFig. 9で示したように γ 相が引張、 α 相が圧縮である。この残留応力は温度が上昇するとFig. 8に示したように両相の熱膨張係数の差のため、膨張係数の大きい γ 相に圧縮応力が発生し、 α 相に引張応力が発生して、300°C付近で両相の応力差はなくなる。さらに温度が高くなると両相の応力状態は逆転して γ 相が圧縮、 α 相が引張応力状態となる。600°C付近で極大値を示し、800°Cを越えると相間の応力差はなくなる。

一方単相材の場合はSUS 304 (γ), SUS 430 (α)のいずれの場合にもFig. 11に示すように試験片温度が1000°Cまでの間では両者の応力がほとんど変化しない。単相材では全結晶が同じ熱的挙動をもつため熱応力は発生しないことが明らかである。

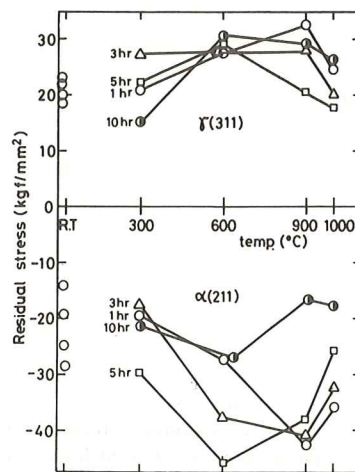


Fig. 9 Residual stress of heated and cooled two-phase stainless steel at room temperature.

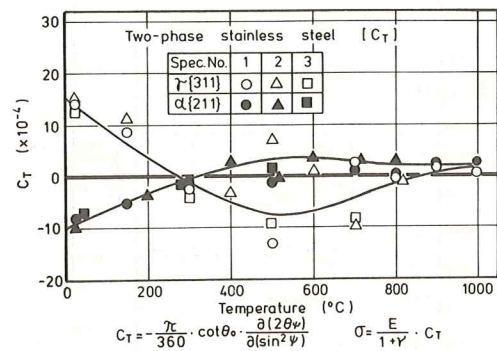


Fig. 10 Thermal stress of two-phase stainless steel $C_T = \sigma_T / (E / (1 + \nu))$.

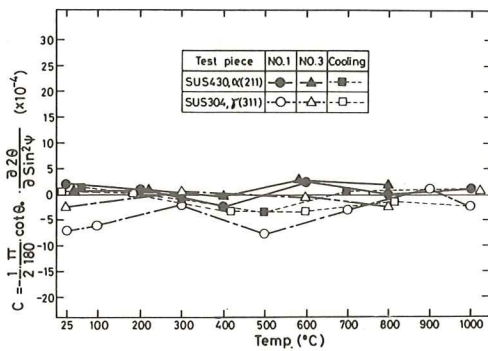


Fig. 11 Thermal stress of single-phase stainless steel SUS 304 (γ) and SUS 430 (α)

4. 考 察

4. 1 応力測定装置の熱対策

熱応力を測定するには高温試料の熱から測定装置を保護する必要がある。常温用の応力測定装置に熱遮蔽と冷却を施せば熱応力測定用の装置として使用することができる。本実験のように高温部が小さな試験片の場合には簡単な熱遮蔽と冷却で充分である。しかし、実際の構造物や熱間加工過程での熱応力を測定する場合は、装置全体を熱から保護する必要がある。

4. 2 高温における応力測定

4. 2. 1 高温プロファイル：高温プロファイルのバックグラウンドの傾斜がやや大きくまたピーク強度が小さいという現象は(7)式によって示される温度効果によるものである。熱振動を考慮した場合のX線回折強度はつぎのように表わされる。⁷⁾

$$I = I_0 \cdot f^2 \cdot \exp(-2M) \cdot \sum_m (V_m/v) \cdot \exp(-2\pi i b \cdot R_m) + I_e \cdot N \cdot f^2 \{1 - \exp(-2M)\} \quad (7)$$

温度因子 $\exp(-2M)$ は、温度の上昇と $\sin \theta / \lambda$ の増加に伴って回折ピーク強度の減少を示す関数であり、第2項は温度散漫散乱因子でバックグラウンドの強度の増加を示す関数である。高温になるとこれら両者の温度効果によって回折ピーク強度は相対的に減少する。例えば、本報の実験条件による温度因子の理論値は Fig. 12 に示すようになり回折ピーク強度が減少する。今回の実験では後述するように測定精度上特に問題はなかったのこれらの温度効果に対する補正は行なわなかった。

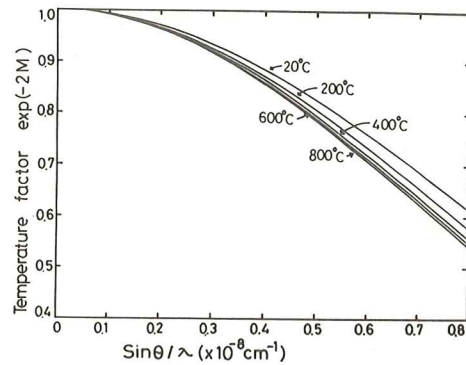


Fig. 12 Theoretical value of temperature factor.

4. 2. 2 精度の検討：宮川ら⁸⁾は室温における2相ステンレス鋼の応力測定を行い、 K 値の検討から γ 相は十分な精度で実際に適用できることを示している。しかし α 相の K 値は $-28.5 \text{ kgf/mm}^2/\text{deg}$ とX線応力測定法標準による値⁹⁾より低い値であったことから、あらかじめ K 値を測定して用いるべきであることを指摘している。

本実験の場合、室温における測定誤差 $\Delta\sigma$ は68%信頼限界のとき、 γ 相では $\Delta\sigma = 2.4 \text{ kgf/mm}^2$ 、 α 相では $\Delta\sigma = 1.4 \text{ kgf/mm}^2$ である。なお、 $\Delta\sigma$ の算出に用いた K 値はX線材料強度部門委員会の共同研究の結果¹⁾を用いた。また高温において $2\theta_\phi - \sin^2 \phi$ 線図の勾配の誤差 ΔM は若干大きくなるが K 値は高温になるにしたがって小さくなり、 $\Delta\sigma$ はみかけ程大きくない。例えば、 600°C における K 値は、 $K(\alpha) = -26 \text{ kgf/mm}^2/\text{deg}$ 、 $K(\gamma) = -17 \text{ kgf/mm}^2/\text{deg}$ である。⁹⁾したがって、誤差 $\Delta\sigma$ は γ 相が $\Delta\sigma = 2.4 \text{ kgf/mm}^2$ 程度となり室温とほとんど変わらない。

以上のように、本実験での $\Delta\sigma$ が高温の場合も室温と比べて比較的小さいこと、および本実験が6点測定であることを考慮しても、精度的に充分実用できると考えられる。

4. 2. 3 膨脹係数と熱応力測定：2相ステンレス鋼のブラッグ角 θ_0 および膨脹係数 α の値は、ステンレス鋼便覧⁹⁾に示される値に近く、さらに单相ステンレス鋼についての測定値と比較的近い値であることから θ_0 、 α および高温における応力測定が妥当性を有するものと解釈される。 γ 、 α の両相の膨脹係数は大きく異っており、2相ステンレス鋼の加熱および冷却に際し、 γ 、 α 各相は独自の熱膨脹および収縮を示す。したがって熱応力を発生することが予測され、実際に2相

ステンレス鋼の製造時の高温圧延加工，冷却の過程で熱歪を生じ，室温では両相に固有の応力が残留している。この現象は複相材料固有のものである。

加熱による熱応力の発生とその挙動および冷却後の固有応力の残留は，弾性範囲においては Fig. 13 によって説明される。室温では，(1)のように γ 相が引張， α 相が圧縮である。温度が上昇すると γ 相の膨脹が大きく，(2)のように両相の応力差はなくなる。さらに温度が上昇すると(3)のように両相の応力状態は逆転する。塑性変形が起こらないと仮定すれば加熱冷却をくり返すことによって可逆的熱応力サイクルを描くものと考えられる。しかし，500°Cを越える温度域における両相の応力減少は，以上のような弾性モデルと膨脹係数の差では説明できない。500°C以上では弾性変形のほかに，結晶粒界のすべり， σ 脆性とこれに伴う折出や降伏応力の低下，また回復，再結晶などによって応力弛緩を示すものと考えられる。

5. 結 論

X線を用いて高温における応力を測定するにあたり測定装値を熱から保護すること，および2相ステンレス鋼を用いて測定精度の検討ならびに θ_0 や α の測定を行なった。また，2相ステンレス鋼の熱応力の代りに(2)式で定義した C_T を測定した結果つぎの知見を得た。

- 1) 輻射熱と対流熱を遮蔽するために試料と応力測定装置の間をステンレス板とアルミ箔で覆い，さらにスリットに水冷容器を取りつければ，実験室段階では試料温度が1000°Cまでは装置的に熱応力測定が可能であった。
- 2) 2相ステンレス鋼の高温におけるプロファイルも比較的良好であった。応力が存在する場合の無歪時のX線の回折角度 θ_0 やX線の膨脹係数 α が明らかに

なり，また高温時の測定誤差も室温の誤差と大差ないので測定精度上からも実用に際して充分適用できるものと考えられる。

- 3) 2相ステンレス鋼は γ 相に引張， α 相に圧縮の固有な残留応力を有している。この応力は熱処理によっても除去できない。
- 4) この残留応力は，加熱によって膨脹係数にもとづく複相材特有の熱応力を発生する。

参 考 文 献

- 1) 日本材料学会編，X線応力測定法標準 (1973)
 - 2) 平修二，蒲地一義，機械の研究，24，401 (1972)
 - 3) 平修二，有間淳一，材料，11，123 (1962)
 - 4) 日本材料学会編，X線応力測定法標準，p.3 (1973)
 - 5) 日本材料学会編，X線応力測定法，p.87 (1966)
- 養賢堂
- 6) 長谷川正義監修，ステンレス鋼便覧，日刊工業社
 - 7) 仁田勇監修，X線結晶学(下)，p.582 (1959)，丸善
 - 8) 宮川英明，大山司朗，小田明，材料，30，222 (1981)
 - 9) 川野正和，石田毅，谷昇，蒲地一嘉，日本鉄鋼協会，第101講演大会講演概要集(II)，S 615 (1981)

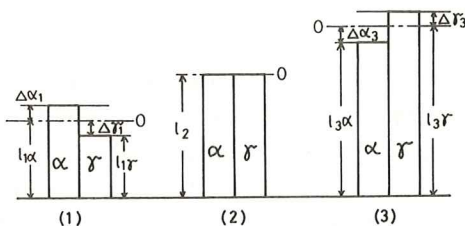


Fig. 13 Schematic diagram of thermal stress of two-phase stainless steel.